

에폭시 수지의 충전제 변화에 따른 유전특성과 기계적특성의 비교 연구
 A Comparative Study between the Dielectric and Mechanical Characteristics due to Variation of Filler in Epoxy Resins

김 순 기*
 김 경 환
 권 병 휘
 김 재 환

광운대학교 대학원 석사수료
 광운대학교 대학원 박사과정
 광운대학교 대학원 박사과정
 광운대학교 교수 공박

ABSTRACT

In this study, after changing the curing condition of hardner (DDM) and filler (SiO₂) contents dielectric and dynamic mechanical properties were studied according to the variation of temperature.

As the result we obtained a correlative α -peak at 125-150 (°C) from dielectric and mechanical properties. With increasing curing condition and filler contents both dielectric and internal friction loss were decreased, peak temperature shifted to high temperature, but there was no variation on peak temperature with filler contents.

As the above result we knew the correspondence between dielectric and mechanical characteristics.

I. 서 론

고진직인 절연재료와 아울러 최근에는 새로운 절연재료로서 전기적 성질 기계적강도 접착성 내열성 및 내환경성 등의 성능이 우수한 에폭시 수지를 모체로한 절연재료가 고압에자 물딩변압기 콘덴서 개폐장치 등의 절연은 물론 반도체기판 등으로 개발되어 다방면으로 응용되고 있다.

본 연구에서는 이러한 절연재료로서 가장 큰 잇점이 에폭시 수지 모체에 알맞는 충전제와 적당량의 경화제를 선정함으로써 단독으로는 얻을

수 없는 우수한 유전적 기계적 열적 및 내전압 특성을 가진 절연재료를 얻을 수 있다는 점에 착안하여 열경화성 에폭시 수지에 충전제 첨가와 경화조건에 따른 특성을 연구 검토하여 고진압 재료로서의 실효성을 검토함과 아울러 보다 우수한 절연재료 개발에 기여 하고자 한다.

원래 에폭시 수지는 1938년 스위스의 화학자 Pierre Castan 이 에폭시 수지를 최초로 발명하여 특허를 신청한 것을 시작으로 하여 1946년 이후 현재에 이르기까지 CIBA, SHELL, REYOLDS 및 DOW 사 등에 의하여 연구개발되어 상업적으로 다방면에 응용되어 왔다.

따라서 본 연구는 에폭시 수지의 유전특성과 기계적 내부마찰특성을 비교 연구하기 위하여 에폭시 수지(YD-128, 國都化學 co.) 에 충전제 (SiO₂) 함량을 0, 50, 100, 및 150(W%)로 혼합시켜 1차경화(120 (°C) × 3 (hr)) 후 2차경화(120 (°C) × 3(hr) + 150(°C) × 2(hr)) 를 실시한 시료에 대하여 유전특성 및 기계적 내부마찰특성을 온도범위 상온 ~275(°C) 에서 각각 측정후후 검토 고찰 하였다.

II. 사용시료 및 실험방법

본 실험에 사용한 에폭시 수지(YD-128, 에피코트 828, 國都化學 Co.) 는 상온에서 액상이며 비스페놀 A와 에피클로로 하이드린의 축합에서 형성된 디

글리시딜 에테르(DGEBA)이다. 이 에폭시 수지의 유전특성 및 기계적 내부마찰특성을 구하기 위하여 먼저 직경 100(mm), 두께 2.0(mm)의 판상시료를 제작하여 유전특성을 측정하고 별도로 제작한 같은 판상시료를 $2 \times 2 \times 100$ (mm)로 절단성형하여 기계적 내부마찰측정용으로 시편을 제작하였다.

시편제작시 에폭시 수지가 접착력이 강하여 금속금형에서는 경화후 이형이 매우 어렵고 이형제 사용시 시료자체의 특성이 변할 우려가 있으므로 내열성금속(SKD-60) 표면에 두께 60 [μ m]의 테프론 코팅을 하거나 PET 필름을 이용하여 시료를 제작하면 250($^{\circ}$ C)까지의 온도에서 경화된 시료가 이형제 없이 쉽게 분리된다.

유전손실 측정은 금속전극 사이에 삽입한 시료를 항온조에 넣고 상온이상의 온도범위에서 ANDO 製 Q-meter를 사용하여 측정하였으며, 내부마찰손실 측정은 자체제작한 기계적 내부마찰측정장치로 영회진자장치(Torsion pendulum divi^o), 자동온도조절장치, 진공장치, 구동장치, 진원장치 및 광검추진 자동기록장치(photodyne)를 이용하여 측정하였다.

III. 실험결과 및 고찰

1. 내부마찰손실(Internal friction loss)특성

DDM 1차경화시킨 무충진 시료에서 관측된 내부마찰손실특성은 124($^{\circ}$ C)에서 최대대수감쇄율 $\Lambda_{max}=2.2$ 인 한개의 피크를 얻었으며 진동주파수는 1.2~0.05(Hz) 사이에서 변화하고 있는데 이 진동주파수곡선의 만곡점이 내부마찰손실 피크 온도와 잘 일치하는 것은 이론에 부합한 결과이다.

DDM 2차경화시킨 시료는 135($^{\circ}$ C)에서 피크가 발견된 이유는 2차경화로 인한 분자간의 결합력 강화로 인한 주쇄의 진동이 어렵게 된 때문이라 사료되며, 이에 따른 손실피크의 변화는 $\Lambda_{max}=2.2$ 에서 2.0으로 약간 감소하는 반면 진동주파수는 1.49~0.15(Hz) 범위에서 1차경화시 보다 증가하는 경향을 나타냄으로써 주쇄진동이 경화를 강화함에 따라 어려워 진다는 견해를 입증해 주고 있다.

2. 유전특성

DDM 1차 및 2차경화를 실시한 시료에 대해서 각각 일정주파수 110(Hz) 및 330(Hz)의 경우 온도 변화에 따른 유전정점 ($\tan \delta \epsilon$)은 145($^{\circ}$ C)에서 최대유전손실 피크를 얻었으며 이 피크 온도는 유전율의 만곡점 온도와 잘 일치한다.

경화조건의 강화에 따라 유전손실 피크가 감소하는 것은 α 완화과정을 일으키는 분자쇄의 배향이 경화됨에 따라 어려워 진다는 것을 나타내며

분자간의 인력이 더욱 강화되었음을 입증한다.

또한 충전제량의 증가에 따라 손실이 감소하는 경향도 충전제 혼입에 의해 수지내 분자의 자유체적이 감소하여 체적이동도가 감소하는 이유로 사료된다.

3. 경도특성

일반적으로 에폭시 수지에 무기물을 충전제로 혼입하는 경우 절연체료로 전기적 기계적 물리적 화학적특성이 우수한 재료를 얻을 수 있다고 알려져 있으며 경화조건의 강화에 따라 에폭시 분자간 또는 에폭시 그물 상호간에 가교와 마찬가지로 서로 망상구조가 조밀해짐으로써 경도가 높아진다고 알려져 있는데 본 실험에서는 1차경화시 83~92 [$^{\circ}$] 2차경화시에는 89~97 [$^{\circ}$]로 경화조건이 강화될수록 경도가 증가하였다.

IV. 결 론

에폭시 수지에 경화제 및 충전제를 혼입하여 제작된 시료의 내부마찰 및 유전특성을 조사한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 유전손실($\tan \delta \epsilon$)특성과 기계적 내부마찰손실($\tan \delta \epsilon$)특성에서 서로 상응하는 한개의 α 피크를 125-150($^{\circ}$ C)에서 얻었으며, 이 피크온도에서 유전율(ϵ)과 영회진동주파수(f)의 만곡점과 거의 일치한 것은 Debye이론과 잘 부합된다.
2. 경화조건의 강화에 따라 유전손실 및 기계적 내부마찰손실이 감소하였고 충전제량의 증가에 따라라도 각각의 손실값이 감소함을 알 수 있었는데, 경화조건이 강화됨에 따라 주쇄의 망상구조가 조밀해져서 주쇄진동이 어려워지고 충전제량의 증가에 따라 충전제로 인한 에폭시 수지내 분자간의 자유체적이 감소하기 때문이라고 사료된다.
3. 손실피크의 온도는 경화조건의 강화에 따라 고온측으로 이동하지만 충전제량의 변화에 따라서는 변동이 거의 없었다.
4. 충전제량에 따른 경도의 변화는 2차경화시킨 시료가 1차경화시킨 시료보다 경도가 증가하였다.

참고문헌

1. Thomas W.Dakin: "Application of EPOXY RESINS in Electrical Apparatus ", IEEE Trans on Electrical Insulation, Vol. EL-9, No.4, pp.121-128, 1974.
2. Takayanaki:M.Mem.Fac.Eng.Kyushu Univ., Vol.23, No.1, pp.1, 1963.
3. A. Turi: "Thermal Characterization of Polymeric Materials ", Academic Press, pp.435-441,1984.
4. Alan J.Breslau:"Epoxy Resins Chemistry and Technology ", el Marcel Dekker, INC., PP.485-587, 1979.
5. Lawrence E.Nielsen:"Mechanical Properties of Polymers ", Van Nostrand Reinhold co.,pp.140-143, 1962.
6. R.De Balist: "Internal Friction of Structural Defects of Crystalline Solids ",North-Holland Publishing Company,pp.36-110,1972.

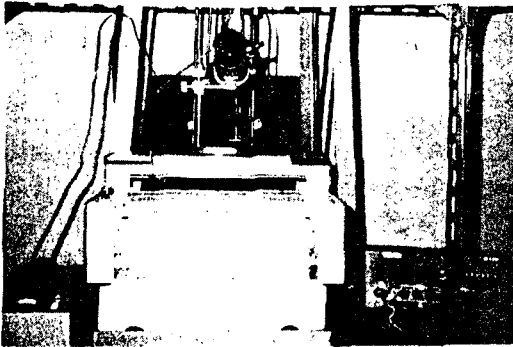


사진1. 내부마찰손실 측정장치

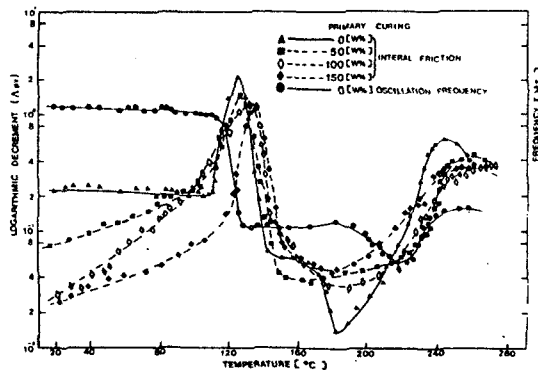


그림1. 내부마찰손실과 전단탄성율의 온도특성 (1차경화:0,50,100,150[W%])

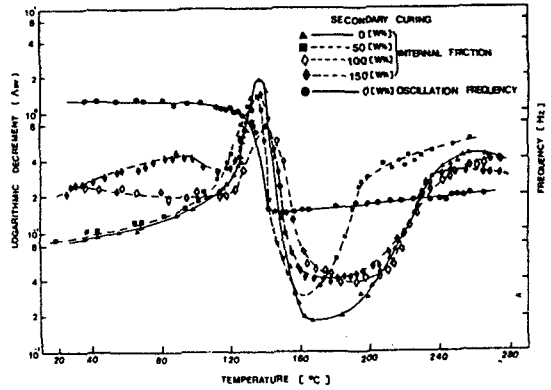


그림2. 내부마찰손실과 전단탄성율의 온도특성 (2차경화:0,50,100,150[W%])

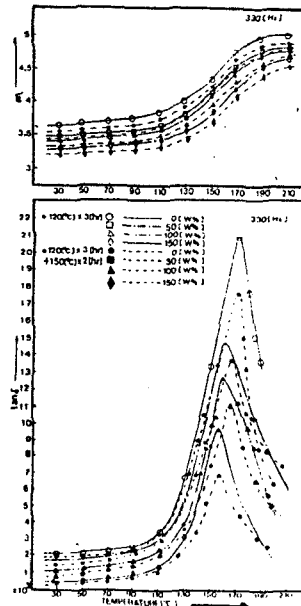


그림3. 에폭시 수지에서 유전을 및 유전손실의 온도의존성 (330[Hz])